

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-265714

(43)Date of publication of application : 06.10.1998

(51)Int.Cl.

C09D 5/03
C09D 7/12
C09D163/02
// (C09D163/02
C09D129:14
C09D133:08)

(21)Application number : 09-075524

(71)Applicant : SOMAR CORP

(22)Date of filing : 27.03.1997

(72)Inventor : TOYODA MASAOKI

(54) EPOXY RESIN COMPOSITION FOR POWDER COATING

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an epoxy resin composition for powder coating, excellent in preservation stability, capable of forming an insulating film good in surface smoothness of a cured coating film and excellent in edge covering properties, formable into a thin film and suitable especially for slot insulation of a micromotor.

SOLUTION: This epoxy resin composition for powder coating is obtained by compounding (A) 100 pts.wt. epoxy resin which consists essentially of a bisphenol A type epoxy resin, is a solid at 25° C and has 900-2,000 number-average weight with (B) 1-10 pts.wt. polyvinylbutyral resin, (C) 0.5-7 pts.wt. catalytic curing agent, (D) 40-100 pts.wt. inorganic filler containing 15-40 wt.% particles having 0.01-0.1 µm average particle diameter without substantially containing particles having >100 µm particle diameter and (E) 0.1-1 pt.wt. acrylic ester oligomer and pulverizing the resultant composition. The average particle diameter of the resultant composition is 20-50 µm.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 05.02.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-265714

(43) 公開日 平成10年(1998)10月6日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 0 9 D 5/03

C 0 9 D 5/03

7/12

7/12

Z

163/02

163/02

// (C 0 9 D 163/02

129: 14

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 6 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平9-75524

(22) 出願日

平成9年(1997)3月27日

(71) 出願人 000108454

ソマール株式会社

東京都中央区銀座4丁目11番2号

(72) 発明者 豊田 正明

東京都中央区銀座四丁目11番2号 ソマー

ル株式会社内

(74) 代理人 弁理士 阿形 明 (外1名)

(54) 【発明の名称】 粉体塗装用エポキシ樹脂組成物

(57) 【要約】

【課題】 保存安定性に優れるとともに、硬化塗膜の表面平滑性が良好で、かつエッジカバー性に優れる絶縁被膜を形成することができ、しかも薄膜化が可能で、特にマイクロモータのスロット絶縁用として好適な粉体塗装用エポキシ樹脂組成物を提供する。

【解決手段】 (A) 25℃で固体の数平均分子量900~2000のビスフェノールA型エポキシ樹脂100重量部に対し、(B) ポリビニルブチラール1~10重量部、(C) 触媒系硬化剤0.5~7重量部、(D) 平均粒径0.01~0.1μmの粒子を15~40重量%の割合で含み、100μmを超える粒径の粒子を実質上含まない無機充填剤40~100重量部及び(E) アクリル酸エステルオリゴマー0.1~1重量部を配合し、粉碎して平均粒径20~50μmの粉体塗装用エポキシ樹脂組成物とする。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) ビスフェノールA型エポキシ樹脂を主体とし、25℃で固体の数平均分子量が900～2000であるエポキシ樹脂100重量部に対し、(B) ポリビニルブチラール1～10重量部、(C) 触媒系硬化剤0.5～7重量部、(D) 平均粒径0.01～0.1μmの粒子を15～40重量%の割合で含み、100μmを超える粒径の粒子を実質上含まない無機充填剤40～100重量部及び(E) アクリル酸エステルオリゴマー0.1～1重量部を配合して成る平均粒径20～50μmの粉体塗装用エポキシ樹脂組成物。

【請求項2】 全組成物重量に基づき粒径5μm未満の粒子の含有量が5重量%より少なく、かつ粒径100μmを超える粒子の含有量が10重量%未満である請求項1記載の粉体塗装用エポキシ樹脂組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、保存安定性に優れるとともに、硬化塗膜の表面平滑性が良好で、かつエッジカバー性に優れる絶縁被膜を形成することができ、しかもその薄膜化が可能で、特にマイクロモータのスロット絶縁用として好適な粉体塗装用エポキシ樹脂組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、ハードディスク、フロッピーディスク、CD-ROMなどに用いられるマイクロモータのスロット絶縁用に、粉体塗装用エポキシ樹脂組成物（以下、粉体組成物ということがある）を用いることは広く行われている。このマイクロモータのスロット絶縁用の粉体組成物は、一般に平均粒径が60～100μm程度であり、そして硬化後の絶縁被膜の厚さは、概略200μm程度である。

【0003】しかるに、近年、ハードディスクなどに用いられるマイクロモータなどの被塗装物の小型化に伴い、絶縁被膜を100μm以下程度の薄膜にすることが必要になってきた。ところで、絶縁被膜を100μm以下の薄膜にするためには、粉体組成物の付着量を減らすことが考えられるが、この場合、従来の粉体組成物では、熱硬化後の絶縁被膜表面の平滑性が低下するのを免れない。

【0004】このような欠点は粉体組成物の平均粒径を50μm以下にすることにより避けることができるが、従来の一般的な粉体組成物を、通常用いられているピンミル、ハンマミルなどの高速回転式衝撃粉碎機などで、平均粒径が50μm以下になるように粉碎しようとすると、装置にかかる負荷が大きく、装置が高い熱をもち、作業が困難になる。しかも、粉体組成物の粒径を小さくすると、空気中の水蒸気との接触面積が大きくなるため、粉体組成物の保存安定性が低下するという欠点を生じる。

2

【0005】一方、スロットなどの複雑な形状を有するものに、絶縁被膜を形成する場合、平面上に絶縁被膜を形成する場合と異なり、エッジ部分において十分な膜厚が得られにくく、エッジカバー性が不十分になる。そして、このようにエッジカバー性が不十分場合には、その部分から耐圧不良が起きやすくなるという欠点がある。また、有機溶剤を含む液状エポキシ樹脂組成物を用いて絶縁被膜を形成する方法もあるが、この場合、絶縁被膜の薄膜化は比較的容易であるものの、エッジカバー性が悪い上、有機溶剤の蒸発により、環境汚染をもたらす。有機溶剤を含まない液状エポキシ樹脂組成物を用いて絶縁被膜を形成しようとすると、液状組成物の粘度が高く、絶縁被膜の薄膜化が困難となる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、一般的な高速回転式衝撃粉碎機などで容易に所望の粒度に細粉化することができ、しかも、保存安定性に優れ、表面平滑性が良好で、エッジカバー性に優れる薄膜状の硬化塗膜を形成することができ、特にマイクロモータのスロット絶縁用として好適な粉体塗装用エポキシ樹脂組成物を提供することを目的としてなされたものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、薄膜形成可能な粉体塗装用エポキシ樹脂組成物を開発すべく鋭意研究を重ねた結果、ビスフェノールA型エポキシ樹脂を主体とする特定の性状を有するエポキシ樹脂に、ポリビニルブチラール、触媒系硬化剤、アクリル酸エステルオリゴマーとともに特定の粒径範囲の無機充填剤を配合したエポキシ樹脂組成物が、その目的に適合しうることを見出し、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。

【0008】すなわち、本発明は、(A) ビスフェノールA型エポキシ樹脂を主体とし、25℃で固体の数平均分子量が900～2000であるエポキシ樹脂100重量部に対し、(B) ポリビニルブチラール1～10重量部、(C) 触媒系硬化剤0.5～7重量部、(D) 平均粒径0.01～0.1μmの粒子を15～40重量%の割合で含み、100μmを超える粒径の粒子を実質上含まない無機充填剤40～100重量部及び(E) アクリル酸エステルオリゴマー0.1～1重量部を配合して成る平均粒径20～50μmの粉体塗装用エポキシ樹脂組成物を提供するものである。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明組成物においては、(A) 成分のエポキシ樹脂として、ビスフェノールA型エポキシ樹脂を主体とし、25℃で固体であって、数平均分子量が900～2000の範囲にあるものが用いられる。この数平均分子量が900未満では得られる組成物がブロッキングしやすいし、2000を超えると、その組成物の調製時に粉砕性が低下する。本発明組成物のブロッ

キング防止性及び該組成物調製時の粉碎性を考慮すると、この(A)成分のエポキシ樹脂の好ましい数平均分子量は900~1800の範囲である。なお、この数平均分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)法により、ポリスチレンを標準として求めた値である。

【0010】この(A)成分のエポキシ樹脂は、原料として、本発明の目的が損なわれない範囲で、所望により、ビスフェノールF、ビスフェノールAD、ビスフェノールS、ピフェノール、フェノールノボラック樹脂などを、ビスフェノールAと併用することができる。

【0011】本発明組成物において、(B)成分として用いられるポリビニルブチラールは、ポリ酢酸ビニルを部分的に加水分解してポリビニルアルコールとし、これにブチルアルデヒドを作用させてブチラール化したものであって、分子中にビニルブチラール単位と酢酸ビニル単位とビニルアルコール単位を有しており、市販品は白色粉末である。本発明においては、このポリビニルブチラールとしては特に制限はなく、市販品をはじめ、従来公知の方法で製造されたものを用いることができる。

【0012】この(B)成分のポリビニルブチラルの配合量は、前記(A)成分のエポキシ樹脂100重量部にに対し、1~10重量部の範囲で選ぶことが必要である。この配合量が1重量部未満ではエッジカバリー性に劣るし、10重量部を超えると粉碎性が低下する。エッジカバリー性及び粉碎性の面から、この(B)成分の好ましい配合量は、(A)成分100重量部にに対し、2~5重量部の範囲である。

【0013】本発明組成物において、(C)成分として用いられる触媒系硬化剤としては特に制限はなく、従来エポキシ樹脂の硬化剤として慣用されているものを使用することができるが、中でもイミダゾール類、アミン類、ポリアミド類などが好ましく、特に保存安定性と反応性のバランスがよいことから、イミダゾール類が好適である。

【0014】この(C)成分の触媒系硬化剤は単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。その配合量は、前記(A)成分100重量部にに対して、0.5~7重量部の範囲で選ぶことが必要である。この配合量が0.5重量部未満では、例えば200℃で30分間加熱しても粉体組成物が十分に硬化せず、絶縁被膜の特性が悪くなる。一方、7重量部を超えると保存安定性が低下する上、硬化が速すぎ、また硬化剤の昇華などによる発泡で硬化塗膜表面の平滑性が低下する場合がある。硬化性、硬化速度、保存安定性、硬化塗膜の表面平滑性などを考慮すると、この(C)成分の特に好ましい配合量は、(A)成分100重量部にに対し、1~3重量部の範囲である。

【0015】本発明組成物において、(D)成分として用いられる無機充填剤としては、例えば炭酸カルシウ

ム、炭酸マグネシウム、シリカ、アルミナ、タルク、クレー、マイカなど従来公知のものを挙げることができる。これらの無機充填剤は表面処理されたものでもよいし、表面処理されていないものでもよい。表面処理には、通常シラン系カップリング剤やチタネート系カップリング剤などが好ましく用いられる。

【0016】この無機充填剤は、平均粒径0.01~0.1μmの微粒子を15~40重量%の割合で含有することが必要である。この含有量が上記範囲を逸脱するとエッジカバリー性が悪くなる。エッジカバリー性の点から、該微粒子の好ましい含有割合は10~30重量%の範囲である。また、この無機充填剤は、100μmを超える粒径の粒子を実質上含まないものであることが必要である。100μmを超える粒径の粒子を含むと、膜厚100μm以下の塗膜の形成が困難になる。

【0017】この(D)成分の無機充填剤は単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよく、またその配合量は、前記(A)成分100重量部にに対し、40~100重量部の範囲で選ぶことが必要である。この配合量が40重量部未満では、加熱硬化時に熱溶融した粉体組成物にたれが生じ、エッジカバリー性が悪くるとともに、絶縁被膜の耐衝撃性が低下し、一方、100重量部を超えると粉碎性が悪くなる。加熱硬化時のたれ防止及び粉碎性などの点から、この(D)成分の好ましい配合量は、(A)成分100重量部にに対し、50~70重量部の範囲である。

【0018】本発明組成物において、(E)成分として用いられるアクリル酸エステルオリゴマーは、例えばアクリル酸とアクリル酸アルキル1種又は2種以上を共重合して得られる分子量500~1500、好ましくは700~1200のアクリル酸アルキルエステル共重合体を挙げることができる。

【0019】この(E)成分のアクリル酸エステルオリゴマーは単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。その配合量は、前記(A)成分100重量部にに対し、0.1~1重量部の範囲で選ぶことが必要である。この配合量が0.1重量部未満では硬化塗膜表面の平滑性に劣るし、1重量部を超えると被塗装物との密着性が低下する。硬化塗膜表面の平滑性及び被塗装物との密着性の面から、この(E)成分の好ましい配合量は、(A)成分100重量部にに対し、0.2~0.8重量部の範囲である。

【0020】本発明組成物には、本発明の目的がそのかわれない範囲で、所望により、従来粉体塗装組成物に慣用されている各種添加成分、例えば硬化促進剤、難燃剤、着色剤、タレ防止剤、レベリング剤などを配合することができる。

【0021】本発明組成物の調製方法については特に制限はなく、例えば従来公知の熔融混合法で各成分を混合し、冷却、固化後、粗粉碎し、さらにピンミルやハンマ

10

20

30

40

50

5

ミルなどの一般的な高速回転式衝撃粉碎機などで、所望の粒径に粉碎することにより、調製することができる。

【0022】本発明の粉体塗装用エポキシ樹脂組成物の塗装方法としては、種々の方法が適用できるが、中でも静電塗装法が好適である。流動浸漬法では、被塗装物に付着する粉体組成物の量を一定にすることが困難であり、好ましくない。

【0023】本発明組成物は、平均粒径が20～50 μ mの範囲にあることが必要である。平均粒径がこの範囲を逸脱すると静電塗装性が低下する。静電塗装性の面から、特に粒径5 μ m未満の粒子の含有量が5重量%より少なく、かつ粒径100 μ mを超える粒子の含有量が10重量%未満のものが好適である。本発明はまた、前記の粉体塗装用エポキシ樹脂組成物の硬化塗膜を、20～100 μ mの厚さで設けて成るマイクロモータをも提供する。

【0024】

【発明の効果】本発明の粉体塗装用エポキシ樹脂組成物は、ピンミルやハンマミルなどの一般的な、高速回転式衝撃粉碎機などで容易に所望の粒径に粉碎しうる上、保存安定性に優れ、硬化塗膜の表面平滑性が良好で、かつエッジカバリー性に優れる絶縁被膜を形成することができ、しかもその薄膜化が可能で、特にマイクロモータのスロット絶縁用として好適である。

【0025】

【実施例】次に、本発明を実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明は、これらの例によってなんら限定されるものではない。なお、各例におけるエポキシ樹脂組成物及びその硬化物の物性は次に示す方法に従って評価した。

【0026】(1) 粉碎性

ホソカワミクロン社製ACM-10パルベライザで、ディスク4000rpm、セパレータ1800rpm、供給量50kg/hの条件にて粉碎し、日機装社製マイクロトラック(タイプSRA)で粒度分布を測定した。その結果を下記の基準で評価した。◎及び○のものは、粉碎性が良好である。

◎：粒径5 μ m未満の粒子の含有量が5重量%未満及び粒径が100 μ mより大きい粒子の含有量が10重量%未満であり、粉碎時に装置の発熱がほとんどない。

○：粒径5 μ m未満の粒子の含有量が5重量%未満及び粒径が100 μ mより大きい粒子の含有量が10重量%未満であるが、粉碎時に装置の発熱が若干ある。

6

×：粒径5 μ m未満の粒子の含有量が5重量%以上又は粒径100 μ mより大きい粒子の含有量が10重量%以上である。

【0027】(2) 保存安定性

粉体組成物を40℃、相対湿度80%の恒温恒湿槽に3日間貯蔵した際のゲルタイム(JIS C-2140、熱板温度150℃)を測定し、その値を粉体組成物製造直後のゲルタイム(上記と同じ条件)を100としたときの相対値で求めた。その結果を下記の基準で評価した。○のものは保存安定性が良好である。

○：70以上

×：70未満

【0028】(3) エッジカバリー性

1/2インチ棒に約0.3mmの厚さに粉体組成物を塗装し、ASTM D2967に準じて測定した。その結果を下記の基準で評価した。

◎：50%以上

○：40%以上、50%未満

△：30%以上、40%未満

×：30%未満

【0029】(4) 平滑性

200℃に予熱した縦60mm、横60mm、厚さ3.1mmの平板に、加熱硬化後の硬化物の塗膜厚さが約0.3mmになるように粉体組成物を粉体塗装し、200℃で30分間加熱、硬化させた。この硬化塗膜の表面を東京精密社製三次元表面粗さ形状測定機サーフコム570A-3Dで、二次元表面粗さのパラメータの1つである中心線平均粗さ(Ra)を測定した。その結果を下記の基準で評価した。○のものは平滑性が良好である。

○：Raが10 μ m未満

×：Raが10 μ m以上

【0030】実施例1～4、比較例1～9

各成分を表1及び表2に示す配合割合で、池貝製作所社製PCM-45押出機で熔融混合し、冷却、固化後、粗粉碎したものをホソカワミクロン社製ACM-10パルベライザで、ディスク回転数4000rpm、セパレータ回転数1800rpm、供給量50kg/hの条件で、平均粒径30～40 μ mに粉碎し、粉碎性及び保存安定性を求めた。結果を表1及び表2に示す。さらに、この組成物について、エッジカバリー性及び硬化塗膜の表面平滑性を求めた。結果を表1及び表2に示す。

【0031】

【表1】

		実 施 例			
		1	2	3	4
配 合 割 合 (重 量 部)	エビコート1004 ¹⁾	100	100	100	100
	エビコート1007 ²⁾	—	—	—	—
	エスレックBMS ³⁾	3	2	3	3
	P-101 ⁴⁾	1	1	1	1
	2MZ-A ⁵⁾	2	2	2	2
	酸無水物 ⁶⁾	—	—	—	—
	ソフトン1800 ⁷⁾	40	40	40	60
	ホモカルD ⁸⁾	20	20	10	20
	ニカライトXK-21 ⁹⁾	0.5	0.5	0.5	0.5
評 価	粉碎性	◎	◎	◎	○
	保存安定性	○	○	○	○
	エッジカバー性	◎	○	○	◎
	硬化塗膜の平滑性	○	○	○	○

【0032】

* * 【表2】

		比 較 例								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
配 合 割 合 (重 量 部)	エビコート1004 ¹⁾	—	100	100	100	100	100	100	100	100
	エビコート1007 ²⁾	100	—	—	—	—	—	—	—	—
	エスレックBMS ³⁾	3	3	—	3	12	3	3	3	3
	P-101 ⁴⁾	1	1	1	1	1	—	1	10	1
	2MZ-A ⁵⁾	2	2	2	2	2	0.4	2	2	2
	酸無水物 ⁶⁾	—	—	—	—	—	10	—	—	—
	ソフトン1800 ⁷⁾	40	40	40	40	40	40	80	40	20
	ホモカルD ⁸⁾	20	20	20	2	20	20	40	20	10
	ニカライトXK-21 ⁹⁾	0.5	—	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
評 価	粉碎性	×	◎	◎	◎	×	◎	×	◎	◎
	保存安定性	○	○	○	○	○	×	○	×	○
	エッジカバー性	○	○	×	△	○	×	○	×	×
	硬化塗膜の平滑性	×	×	○	○	×	○	×	×	○

【0033】注1) エビコート1004 (商品名) : 油化シェルエポキシ社製、ビスフェノールA型エポキシ樹脂、25℃で固体、エポキシ当量925、数平均分子量1600

2) エビコート1007 (商品名) : 油化シェルエポキシ社製、ビスフェノールA型エポキシ樹脂、25℃で固体、エポキシ当量1975、数平均分子量2900

3) エスレックBMS (商品名) : 住友化学社製、ポリビニルブチラール

4) P-101 (商品名) : 油化シェルエポキシ社製、エポキシイミダゾールアダクト

5) 2MZ-A : 2, 4 - ジアミノ - 6 - [2 - メチル

イミダゾリル - (1)] エチル - S - トリアジン

6) 酸無水物 :

7) ソフトン1800 (商品名) : 備北粉化工業社製、炭酸カルシウム、平均粒径1.25 μ m、粒径100 μ m以上の粒子含量0重量%。

8) ホモカルD (商品名) : 白石工業社製、炭酸カルシウム、平均粒径0.07 μ m、粒径100 μ m以上の粒子含量0重量%。

9) ニカライトXK-21 (商品名) : 日本カーバイド工業社製、アクリル酸エステルオリゴマー、25℃における粘度1300センチポイズ、屈折率1.4646

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶
C 0 9 D 133:08)

識別記号

F I